



## Influence du temps sur le comportement du gypse

Christophe Auvray, Françoise Homand, Dashnor Hoxha, Christophe Didier

### ► To cite this version:

Christophe Auvray, Françoise Homand, Dashnor Hoxha, Christophe Didier. Influence du temps sur le comportement du gypse. Colloque International Après-mine 2003, Feb 2003, Nancy, France. pp.NC. ineris-00972402

**HAL Id: ineris-00972402**

**<https://hal-ineris.archives-ouvertes.fr/ineris-00972402>**

Submitted on 3 Apr 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## INFLUENCE DU TEMPS SUR LE COMPORTEMENT DU GYPSE

AUVRAY Christophe<sup>1</sup>, HOMAND Françoise<sup>1</sup>, HOXHA Dashnor<sup>1</sup>, DIDIER Christophe<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire Environnement Géomécanique et Ouvrages, Ecole Nationale Supérieure de Géologie, Institut National Polytechnique de Lorraine. Rue du Doyen Marcel Roubault - BP 40 - 54501 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex - France. christophe.auvray@ensg.inpl-nancy.fr, francoise.homand@ensg.inpl-nancy.fr, dashnor.hoxha@ensg.inpl-nancy.fr.

<sup>2</sup> Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques. Direction des Risques du Sol et du Sous-sol. Parc Technologique Alata - BP 2 - 60550 Verneuil-en-Halatte - France. christophe.didier@ineris.fr

*RESUME : La carrière souterraine de gypse située sur la commune de Grozon (Jura) présente de nombreuses instabilités dont l'ampleur est fonction de l'âge d'exploitation des quartiers. Les minéraux constitutifs sont dissous dans les quartiers les plus âgés, illustration du vieillissement du massif rocheux. Les propriétés physiques et mécaniques instantanées sont peu différentes entre les quartiers. Cependant, le comportement mécanique différé est influencé par l'hygrométrie dans la carrière : plus celle-ci est élevée, plus les vitesses de déformation augmentent. Ces vitesses de déformation sont également plus rapides pour les quartiers les plus anciens. Enfin, une simulation des résultats des essais de fluage a été tentée en utilisant une loi de comportement du type Lemaitre.*

*MOTS-CLEFS : carrière souterraine, gypse, comportement mécanique différé*

*ABSTRACT : The underground quarry of Grozon gypsum shows instabilities that are a function of the exploitation age. Moreover, the minerals are strongly dissolved in the oldest districts. Concerning the physical properties and instantaneous mechanical behaviour, few differences are to be noted. However the time depended mechanical behaviour from this material is strongly influenced by the hygrometry. The more it is raised, the more deformation rate increase. The acceleration of deformation rate is also for the old working. A Lemaitre like creep law allowed some simulations.*

*KEY-WORDS : underground quarry, gypsum, differed mechanical behaviour*

### 1. Introduction

Les effets du temps sur le comportement d'une carrière souterraine se situent à plusieurs niveaux et sont responsables de différents mécanismes de dégradation des propriétés :

- la dégradation des minéraux constitutifs de la roche par action physico-chimique conduisant à une diminution des caractéristiques mécaniques: le vieillissement ;
- le comportement différé sous chargement constant : fluage ;
- les variations d'hygrométrie et donc des conditions de saturation du milieu rocheux par action de la succion, dans les zones où les conditions d'aérage varient : couplage hydro-mécanique.

Dans le cas des milieux fracturés, à ces mécanismes de dégradation des ouvrages, s'ajoute également l'évolution de la fracturation qui devient alors un facteur majeur. Dans cet article nous nous limitons à l'étude du vieillissement et au fluage d'une roche particulière, le gypse. D'autres éléments sont développés dans Auvray (2003).

La carrière souterraine de Grozon (Jura) a été choisie pour l'évolution de son instabilité et pour ses quartiers d'âge d'exploitation différent. Les échantillonnages ont été effectués dans différents quartiers, le plus ancien qui a été retenu, a été exploité dans les années 1920, le second correspond

aux années 1970 et enfin le dernier est actuellement exploité. L'ensemble du site a environ une surface de 500 hectares. Le gypse est exploité par chambres et piliers sur un ou deux niveaux et il appartient à la série stratigraphique du Keuper supérieur. Les piliers mesurent généralement 6 mètres par 6 mètres et 2,5 mètres de hauteur. Le taux de défrètement est compris entre 75 et 78%. Cependant ce schéma d'exploitation a varié à certaines époques et par exemple, pour de très vieux travaux, le taux de défrètement est supérieur à 80%.

L'article comprend :

- une illustration des désordres de l'échelle de la carrière à celle du gypse des piliers ;
- la détermination des paramètres physiques et mécaniques instantanés ;
- le comportement différé en prenant en compte l'hygrométrie relative.

Une interprétation-discussion précède le choix d'une loi de fluage et l'ajustement de ces paramètres.

## 2. Les types de désordres

### 2.1. A l'échelle de la carrière

Sur l'étendue de la carrière, des instabilités plus ou moins importantes sont généralement fonction de l'âge d'exploitation des quartiers.

Le quartier actuellement exploité présente des piliers en parfait état, à l'inverse des quartiers d'âge d'exploitation ancien montrant divers désordres de grande ampleur. En effet, des soufflages de mur d'ordre métrique présents dans des zones exploitées sur deux niveaux, peuvent complètement obstruer la galerie. L'intercalaire se soulève sur l'axe longitudinal d'une galerie jusqu'au toit sur une partie ou bien la totalité de la longueur de la galerie. Ce type désordre est également présent dans des zones plus récentes ayant des caractéristiques géologiques particulières. Les écaillages de piliers et les fontis sont également d'une grande ampleur et visible dans les zones où un seul niveau de gypse a été exploité.

Plusieurs mécanismes peuvent expliquer ces différents désordres :

- gonflement d'intercalaires marneux pour les soufflages de mur ;
- vieillissement des piliers conduisant à leur rupture et à des effondrements partiels.

Dans cet article, nous nous intéressons qu'à l'évolution des propriétés mécaniques des piliers de gypse.

### 2.2. Le gypse des piliers

Le gypse de la carrière de Grozon présente une pureté très variable, le pôle anhydrite peut en effet représenter 100% du matériau. Ce gypse est qualifié de microcristallin, les cristaux mesurent moins d'un millimètre de longueur.

Grâce à des observations au microscope électronique à balayage (MEB), des différences entre des cristaux de gypse provenant de piliers de quartiers d'âge d'exploitation récent et de quartier d'âge d'exploitation ancien ont été mises en évidence. Dans le cas des quartiers récents, de nombreux cristaux sont automorphes (Figure 1) et d'autres avec quelques traces de dissolution sont observables sur les premiers cinquante centimètres vers le cœur du pilier, elles disparaissent au-delà de cette profondeur. Des cristaux d'échantillons prélevés dans les quartiers d'âge d'exploitation ancien sont flexurés : l'axe d'allongement du cristal n'est plus rectiligne. Les traces de dissolution sont quantitativement plus importantes et observables jusqu'à plus d'un mètre de profondeur (Figure 2). Les cristaux sont xénomorphes du fait d'une action de la vapeur d'eau qui provoque une dissolution plus marquée en peau de piliers. L'action de la vapeur d'eau semble être fonction du temps. De telles transformations minéralogiques, c'est-à-dire des dissolutions avec ou sans néoformation de minéraux, ont déjà été décrites (Farran, 1965 ; Auger, 1991 ; Furlan, 1991 ; Chêne

1999 ; Gupta, 2000 ; Grige, 2000 ; Carof, 2001), elles caractérisent le vieillissement du massif rocheux.

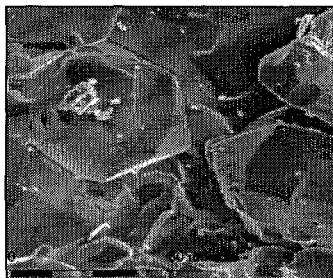


Figure 1. Cristaux automorphes  
(quartier récent : 2000)

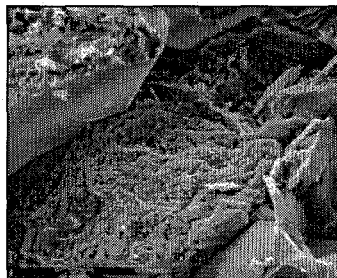


Figure 2. Cristaux plus ou moins dissous  
(quartier ancien, 1920)

### 3. Caractérisation physique et mécanique instantanée

Les caractéristiques physiques et mécaniques instantanées de ce gypse sont synthétisées dans le tableau 1. Ces valeurs sont des moyennes calculées pour chaque âge, sur une vingtaine d'échantillons secs pour les paramètres physiques. La résistance moyenne en compression uniaxiale et en traction indirecte sur des échantillons secs a été calculée à partir d'une dizaine d'essais.

Une dispersion des résultats doit être prise en compte. Elle a principalement une origine structurale car les échantillons présentent des fissures qui sont plus ou moins cicatrisées sur toute leur longueur. La pureté du gypse peut également être mise en cause même si tous les échantillons sont constitués de 90 à 100% de gypse. L'autre constituant dans ce cas est de l'anhydrite, elle peut donc modifier les caractéristiques physico-mécaniques de l'échantillon. Finalement cette dispersion masque en partie les variations des caractéristiques physiques et mécaniques instantanées qui sont fonction de l'âge de l'exploitation. Néanmoins, une diminution de 12% de la résistance en compression uniaxiale a été mesurée entre les échantillons secs provenant d'un quartier récent et ancien.

Quel que soit l'âge d'exploitation, le comportement mécanique instantané des échantillons secs de ce matériau reste élasto-plastique avec une rupture plutôt fragile qui devient quasi ductile avec l'augmentation de la pression de confinement (Figure 3a). Cependant les déformations plastiques avant le pic sont assez faibles, la phase élastique est importante et le seuil de la dilatance est très proche du pic.

Les résistances au pic s'alignent raisonnablement bien sur une droite dans le plan des contraintes ( $p-q$ ), une loi de type Mohr-Coulomb peut donc être ajustée (Figure 3b). Le calcul des paramètres de ce critère avec des échantillons secs montre que l'angle de frottement augmente de  $43^\circ$  pour les échantillons de l'exploitation récente à  $49^\circ$  pour les échantillons du quartier 1920. A l'inverse, la cohésion diminue de 9 MPa à 7 MPa.

La résistance en compression uniaxiale d'échantillons partiellement saturés en eau a été déterminée. Les échantillons ont été placés dans une atmosphère avec une hygrométrie constante. Les conditions d'hygrométrie choisies sont les suivantes : 30%, 60% et 90% à une température  $20^\circ\text{C}$ . La solution saline saturée provoquant une hygrométrie de 30% est composée de cristaux de sel de Chlorure de Calcium hexahydraté ( $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ). Avec ce sel, l'hygrométrie attendue est normalement de 36,5%. L'hygrométrie de 60% est obtenue avec une solution saline saturée avec le sel de Nitrite de Sodium ( $\text{NaNO}_2$ ). Ce sel donne normalement une hygrométrie de 66%. Concernant la solution saline de 90%, le sel est du Sulfate de Cuivre (II) pentahydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ). Avec ce sel, l'hygrométrie attendue est de 98%. L'essai de compression uniaxiale est réalisé lorsque la masse de l'échantillon ne varie plus. La résistance moyenne en compression uniaxiale sur les échantillons partiellement saturés a été calculée à partir de deux ou trois essais pour chacune des hygrométries et pour chacun des âges. Malgré la dispersion des résultats, nous constatons une tendance à la

diminution de la résistance avec l'augmentation de l'hygrométrie (Tableau 1). La diminution de résistance en compression simple entre des échantillons partiellement saturés provenant de quartiers d'âge d'exploitation différent ne dépasse pas 25% pour le cas le plus défavorable (ancien quartier,  $H_r = 90\%$ ).

Tableau 1. Caractéristiques physiques et mécaniques instantanées en fonction de l'âge d'exploitation du quartier

	Quartier 2000	Quartier 1970	Quartier 1920
Porosité totale : $n$ (%)	$2,5 \pm 0,2$	$1 \pm 0,1$	$1 \pm 0,2$
Masse volumique des grains : $\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )	2,33	2,33	2,33
Vitesse des ondes ultrasonores P : $V_p$ (m/s)	$4850 \pm 200$	$4950 \pm 100$	$5000 \pm 150$
Vitesse des ondes ultrasonores S : $V_s$ (m/s)	$2400 \pm 150$	$2500 \pm 100$	$2500 \pm 100$
Essai de traction indirecte : résistance $R_t$ (MPa)	$5 \pm 2$	$5 \pm 1$	$3,3 \pm 2$
Essai de compression simple : résistance $R_c$ (MPa), échantillons secs	$42 \pm 2$	$42 \pm 1$	$37,5 \pm 2$
Essai de compression simple : résistance $R_c$ (MPa), échantillons partiellement saturés ( $H_r = 30\%$ )	$41 \pm 1$	$42 \pm 1$	$38 \pm 1,5$
Essai de compression simple : résistance $R_c$ (MPa), échantillons partiellement saturés ( $H_r = 60\%$ )	$43,5 \pm 2$	-	$35 \pm 2$
Essai de compression simple : résistance $R_c$ (MPa), échantillons partiellement saturés ( $H_r = 90\%$ )	$42,5 \pm 1$	-	$32,2 \pm 2,5$

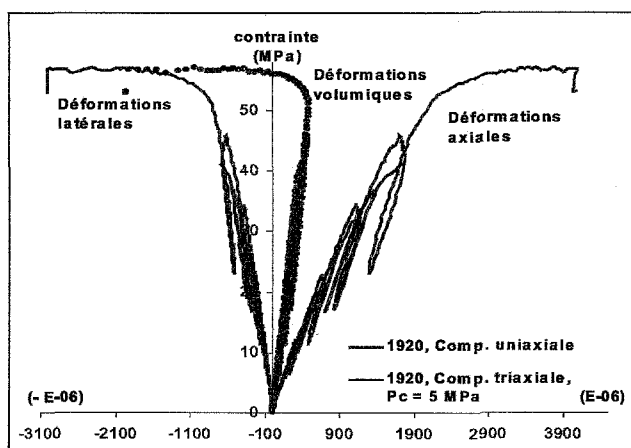


Figure 3a. Exemple de courbes contrainte-déformation d'un essai de compression uniaxiale et d'un essai de compression triaxiale avec une pression de confinent ( $P_c$ ) égale à 5 MPa (les deux échantillons proviennent d'un quartier d'âge d'exploitation ancien, 1920)

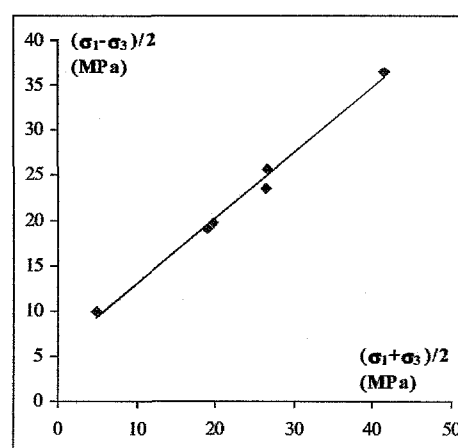


Figure 3b. Exemple d'une représentation du critère de rupture de Mohr-Coulomb dans le plan des contraintes ( $p$ - $q$ ) pour un quartier d'âge d'exploitation 1970

## 4. Comportement mécanique différé

### 4.1. L'équipement au laboratoire

L'équipement nécessaire pour ce type d'essai est un bâti de fluage composé de trois principaux éléments : l'embase, le corps et la tête. Les volumes du récipient et du corps de la cellule ont été choisis en fonction de la norme NF EN ISO 483 et par rapport aux dimensions des éprouvettes qui font 38 mm de diamètre et un élanement de 2.

L'atmosphère autour de l'éprouvette a une hygrométrie contrôlée et constante pendant toute la durée de l'essai. Pour générer cette hygrométrie, un récipient dans lequel se trouve une solution saline saturée vient se positionner sous l'embase du bâti. Tout le dispositif est placé dans une salle climatisée afin de pouvoir maintenir la température constante et la plus proche possible de 20°C. La norme NF X 15-119 a servi de support technique pour les mesures d'hygrométrie en fonction de la température et les précautions d'emploi des solutions salines saturées.

Sur les éprouvettes sont collées des jauges d'extensométrie pour mesurer les déformations axiales et les déformations latérales. Quand les jauges dérivent ou ne répondent pas correctement, il faut recommencer l'essai sur une autre éprouvette car il est particulièrement difficile d'assurer le bon fonctionnement des jauges sous forte humidité relative.

Une technique a donc été mise au point sans que le taux de réussite soit complet. Une sous-couche de résine époxy est appliquée sur la zone de collage des jauges. Cette résine pénètre superficiellement dans le réseau poreux du matériau et sa surface est parfaitement lisse. Sans cette sous-couche, la jauge peut se décoller. Par la suite, un anneau de résine époxy de 1mm d'épaisseur englobe les jauges et les soudures des fils pour les protéger pendant la durée de l'essai de fluage qui est de plusieurs semaines. Pour minimiser l'influence de l'anneau de résine, quatre coupures verticales diamétralement opposées deux à deux ont été effectuées.

Le comportement mécanique différé est étudié pour une même contrainte totale de 10 MPa sous différentes hygrométries et à température constante. L'hygrométrie a été imposée par la méthode des solutions salines décrite ci-dessus. La contrainte n'a été appliquée qu'à partir d'une dizaine de jours après la mise des échantillons dans l'atmosphère à hygrométrie contrôlée. Le niveau de contrainte totale choisi pour ces essais correspond à environ 25% de la résistance en compression uniaxiale des échantillons secs et il ne dépasse pas 30% de la résistance en compression simple pour le cas le plus défavorable (ancien quartier, Hr = 90%).

Les essais de fluage sont par conséquent au nombre de 9 (un âge d'exploitation pour chaque hygrométrie). Deux essais, avec des échantillons provenant du quartier en cours d'exploitation, ont été modifiés. Les échantillons ont subi un changement d'hygrométrie sans relâchement de la contrainte : pour le premier échantillon, 30% pendant 200 jours puis 90% pendant 15 jours et pour le second échantillon, 60% pendant 120 jours puis 90% pendant 15 jours.

#### *4.2. Résultats des essais de fluage à hygrométrie contrôlée*

Les résultats des différents essais de fluage à hygrométrie contrôlée sont présentés sur les figures 4 à 6. Pour les essais avec une hygrométrie de 90%, la phase primaire de fluage dure environ 15 jours. A partir du 45<sup>ème</sup> jour environ, la phase tertiaire commence. Les déformations volumiques sont initialement contractantes pour devenir dilatantes. La manifestation de la dilatance volumique est fonction de l'âge (Tableau 2). Le seuil de dilatance est d'autant plus vite atteint que l'âge d'exploitation de l'échantillon est ancien.

La durée de la phase du fluage primaire est plus longue pour une faible hygrométrie : elle est de 60 jours et de 80 jours environ pour les essais avec une hygrométrie de 60% et 30%. Pour ces hygrométries, quand les essais ont été arrêtés, un fluage établi à vitesse constante était observé depuis plusieurs semaines. Les déformations volumiques des échantillons avec une hygrométrie de 60% sont initialement contractantes mais au bout d'environ 6 semaines la vitesse des déformations volumiques est constante, à l'exception de l'échantillon S4P5-11 pour lequel les déformations volumiques sont dilatantes dès le début du fluage (Figure 5). Pour les échantillons avec une hygrométrie de 30%, les déformations volumiques restent contractantes pendant toute la durée de l'essai.

Pour une hygrométrie constante, les déformations axiales et latérales au moment du passage fluage primaire-fluage secondaire sont fonction de l'âge d'exploitation de l'échantillon. Ces déformations sont d'autant plus élevées que l'âge est ancien. Pour un âge constant, les déformations axiales et

latérales au moment du passage fluage primaire-fluage secondaire sont fonction de l'hygrométrie. A ce passage, les déformations sont plus importantes pour les fortes hygrométries.

Les vitesses des déformations axiales et latérales pendant le fluage secondaire ont été calculées à partir de la partie linéaire des courbes de fluage (Tableau 3). Pour une hygrométrie donnée, les vitesses sont fonction de l'âge d'exploitation de la zone de prélèvement : plus l'âge d'exploitation de la zone des prélèvements est ancien, plus la vitesse est élevée. Pour un âge donné, les vitesses sont fonction de l'hygrométrie : plus l'hygrométrie est importante, plus la vitesse est élevée.

Ces résultats (la présence des déformations volumiques dilatantes aussi bien dans les courbes des essais instantanés que celles du fluage) montrent un éventuel endommagement de la roche par une propagation critique et subcritique des fissures assistée probablement par des mécanismes chimiques et accélérée par l'eau. Afin de mieux comprendre et de confirmer/infirmier ces hypothèses, des observations au MEB et des essais post fluage ont été réalisés.

Tableau 2. Seuil de dilatance pour les 3 essais de fluage avec une hygrométrie de 90%

	Quartier 2000	Quartier 1970	Quartier 1920
Seuil de dilatance	25 <sup>ème</sup> jour	15 <sup>ème</sup> jour	5 <sup>ème</sup> jour

Tableau 3. Vitesses de déformation axiale et latérale pendant le fluage secondaire

	Quartier 2000		Quartier 1970		Quartier 1920	
Hygrométrie (%)	Vitesse axiale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )	Vitesse latérale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )	Vitesse axiale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )	Vitesse latérale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )	Vitesse axiale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )	Vitesse latérale ( $10^{-6} \cdot j^{-1}$ )
90	9	5	5	7	31	37
60	0,3	0,8	4	2	2	1
30	0,1	<0,1	0,4	0,1	0,6	<0,1

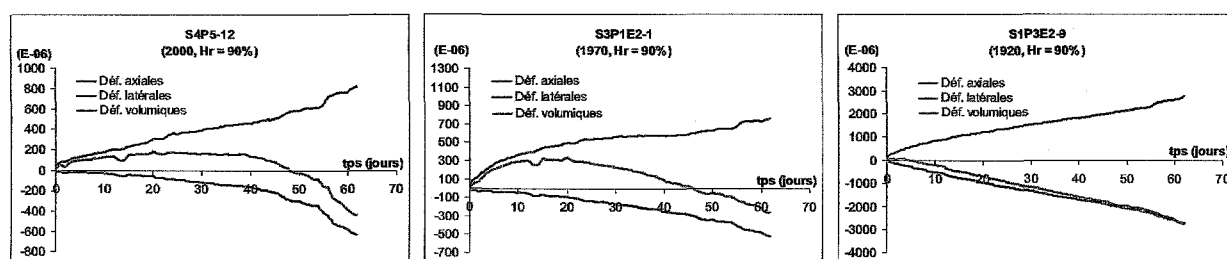


Figure 4. Courbes déformation-temps de trois échantillons d'âge d'exploitation différent avec une hygrométrie de 90%

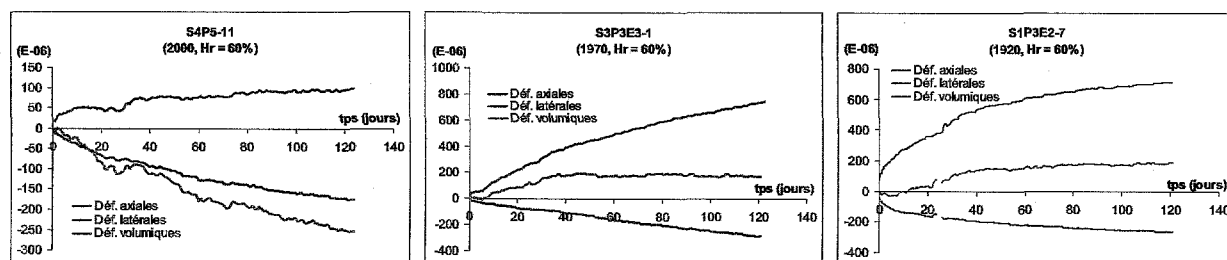


Figure 5. Courbes déformation-temps de trois échantillons d'âge d'exploitation différent avec une hygrométrie de 60%

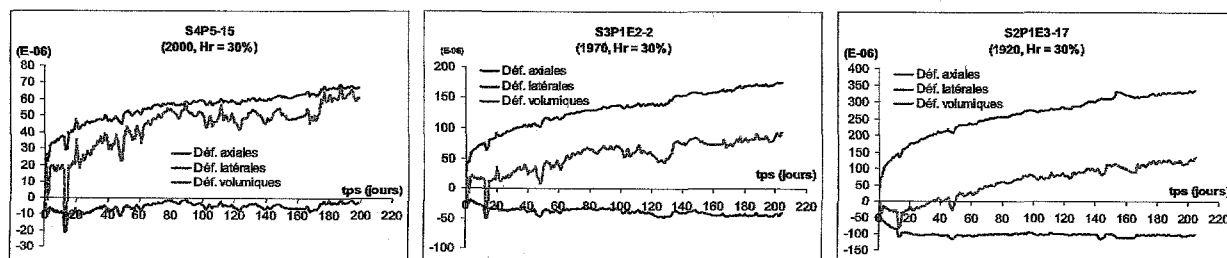


Figure 6. Courbes déformation-temps de trois échantillons d'âge d'exploitation différent avec une hygrométrie de 30%

## 5. Paramètres physiques, observations microscopiques et essais mécaniques post fluage

### 5.1. Paramètres physiques avant et après fluage

Les vitesses des ondes ultrasonores P ( $V_p$ ) et S ( $V_s$ ) ont été mesurées sur des éprouvettes séchées à 50°C avant et après les essais de fluage. Ces mesures ont permis de calculer le module de Young ( $E_{dyn}$ ) et le coefficient de Poisson dynamiques ( $\nu_{dyn}$ ) (Tableau 4).

Tableau 4. Paramètres physiques déterminés avant et après les essais de fluage à hygrométrie contrôlée (le coefficient de Poisson dynamique avant et après essai est toujours égal à 0,33)

Hygrométrie	Paramètres physiques	Quartier 2000			Quartier 1970			Quartier 1920		
		avant	après	diminution avant-après	avant	après	diminution avant-après	avant	après	diminution avant-après
90%	$V_p$ (m/s)	4875	4850	<1%	5000	4975	<1%	5025	4850	4%
	$V_s$ (m/s)	2475	2425	<1%	2525	2450	3%	2525	2425	4%
	$E_{dyn}$ (GPa)	37,5	36,3	3%	38,6	37,3	4%	39,4	36,4	7%
60%	$V_p$ (m/s)	5000	5000	=	4975	4875	2%	5050	5000	1%
	$V_s$ (m/s)	2525	2475	2%	2500	2450	2%	2525	2500	1%
	$E_{dyn}$ (GPa)	38,6	37,9	2%	38,5	37,2	3%	39,0	38,4	<2%
30%	$V_p$ (m/s)	5110	5040	<2%	5000	5000	=	5050	5000	1%
	$V_s$ (m/s)	2600	2550	2%	2525	2500	1%	2525	2525	=
	$E_{dyn}$ (GPa)	42,1	40,6	<4%	38,9	38,3	<2%	39,2	38,8	1%

En règle générale nous constatons une tendance à la diminution des vitesses des ondes ultrasonores et des modules de Young dynamiques après le fluage. L'amplitude de cette diminution tout en restant faible, est fonction de l'hygrométrie et de l'âge de l'exploitation.

La diminution du module de Young dynamique est d'autant plus importante que l'hygrométrie est élevée et que l'âge de la station d'exploitation est ancien. D'une manière générale, la diminution du module de Young, pour une hygrométrie de 90% est comprise entre 3 et 5% d'un quartier récent à un vieux quartier alors que cette diminution n'est plus que 1 ou 3% pour les deux autres hygrométries et quel que soit l'âge considéré.

### 5.2. Observations microscopiques post fluage

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fluage ont été prélevées entre 20 et 40 cm à partir du bord des piliers. Après les essais de fluage, seuls des échantillons provenant de quartiers d'âge d'exploitation ancien (1920) ont été observés au MEB. Les observations sont systématiquement effectuées du bord vers le cœur de l'échantillon sur un plan longitudinal et transversal. Ce plan d'observation passe par l'axe longitudinal de l'échantillon.

Pour une hygrométrie de 90%, l'observation d'une éprouvette après l'essai de fluage a permis de relever différentes particularités :

- La taille des cristaux a diminué d'un facteur 10, elle devient inférieure à 25  $\mu\text{m}$ .
- Les éprouvettes présentent une importante densité de traces de dissolution : elles sont nettement plus nombreuses par rapport aux observations faites sur des échantillons témoins.

Les observations au MEB d'une éprouvette ayant subi un essai de fluage avec une hygrométrie constante de 60% nous apportent les informations suivantes :

- La taille des cristaux a diminué d'un facteur 10, elle devient inférieure à 25  $\mu\text{m}$ .
- Une frange de dissolution concentrique c'est-à-dire une frange où les cristaux sont émoussés à une épaisseur de 1 mm.
- Vers le cœur de l'éprouvette, quelques traces de dissolution d'une faible ampleur sont identifiées.



Enfin, l'observation au MEB d'une éprouvette ayant subi un essai de fluage avec une hygrométrie de 30% nous a permis de relever différentes particularités :

- La taille des cristaux a diminué d'un facteur 10, elle devient inférieure à 25  $\mu\text{m}$ .
- Il n'existe pas de frange de dissolution mais quelques traces de dissolution disséminées dans l'ensemble de l'éprouvette. Ces traces devraient être présentes avant l'essai de fluage.

Malgré l'existence de traces de dissolution avant essai, il semble que l'hygrométrie entraîne une dissolution partielle de certains cristaux et que cette nouvelle dissolution soit proportionnelle à la valeur de l'hygrométrie.

### 5.3. Essais mécaniques post fluage

Afin d'essayer de mettre en évidence un mécanisme d'endommagement par microfissuration du matériau pendant l'essai de fluage, des essais de compression isotrope ont été réalisés après les essais de fluage. Trois éprouvettes ont subi un essai de fluage sous une hygrométrie différente et les résultats des essais de compression isotrope (Tableau 5) sont comparés avec ceux obtenus sur des échantillons témoins.

La porosité de fissure de référence mesurée sur les échantillons témoins est de  $3.10^{-4}$ . Seul l'échantillon ayant subi un essai de fluage avec une hygrométrie de 60% puis de 90% a une porosité de fissure deux fois supérieure à la porosité de référence.

La porosité de fissure mesurée sur les autres échantillons après les essais est sensiblement la même que la porosité de fissure de l'échantillon témoin (soit environ.  $3.10^{-4}$ ). L'essai de compression isotrope ne semble donc pas être adapté pour mettre en évidence l'endommagement sur cette roche.

Tableau 5. Porosité de fissure calculée à partir des courbes contrainte-déformation des essais de compression isotrope

	Quartier 2000 témoin	Quartier 1920 témoin	Quartier 1970	Quartier 1970	Quartier 2000
Hygrométrie (%)	-	-	30	60	60 puis 90
Porosité ( $10^{-4}$ )	3	3	4	3	6

## 6. Interprétation-discussion

L'interprétation-discussion des différents résultats peut se faire selon deux approches :

- pour un âge constant, le paramètre hygrométrie varie ;
- pour une hygrométrie constante, le paramètre âge varie.

### 6.1. Le paramètre - hygrométrie

Quel que soit l'âge d'exploitation considéré, la vitesse de fluage secondaire augmente avec l'hygrométrie. Pour un cas extrême, avec une hygrométrie de 90% et un âge d'exploitation ancien (1920), le stade fluage tertiaire a été atteint au bout de 45 jours.

Le changement d'hygrométrie, pour deux échantillons provenant du quartier en cours d'exploitation, permet de montrer que la vitesse de déformation de fluage est fonction de la valeur de l'hygrométrie. En effet, après ce changement d'hygrométrie, la vitesse s'accélère brutalement. Cependant, les vitesses de déformation du fluage secondaire n'ont pu être calculées car les essais ont été arrêtés avant d'obtenir une vitesse de fluage constante. Les jauges d'extensométrie ne répondaient plus. Les vitesses des ondes ultrasonores P et S mesurées après fluage ont diminué par rapport à celles qui ont été mesurées avant fluage. La porosité de fissure est deux fois plus importante par rapport à celle qui a été calculée sur des échantillons témoins.

Avec une hygrométrie de 90% et un âge d'exploitation intermédiaire (1970), les vitesses des ondes ultrasonores P et S mesurées après fluage ont diminué par rapport à celles qui ont été mesurées avant fluage. A 60%, c'est le début du fluage stationnaire qui s'établit après le fluage primaire. Suite à un essai de compression isotrope, la porosité de fissure reste inchangée par rapport à celle qui a

été calculée sur des échantillons tests. A 30%, après un fluage transitoire, la vitesse de fluage devient constante. La porosité de fissure reste inchangée par rapport à celle qui a été calculée sur des échantillons tests.

Avec une hygrométrie de 90% et un âge d'exploitation ancien (1920), les vitesses des ondes ultrasonores P et S mesurées après fluage ont diminué par rapport à celles qui ont été mesurées avant fluage. A 60%, comme pour l'échantillon d'âge d'exploitation 1970, un fluage stationnaire s'établit. Une observation au microscope électronique à balayage de l'échantillon montre l'apparition d'une frange de dissolution concentrique de 1 mm d'épaisseur. La taille des cristaux a diminué d'un facteur 10. A 30%, après un fluage transitoire, la vitesse de fluage s'annule. Une observation au microscope électronique à balayage de l'échantillon montre diminution de leur taille d'un facteur 10.

Quelles explications peut-on donner à ces variations de vitesse de fluage en fonction de l'hygrométrie ?

D'après Finot et al. (1997), une faible hygrométrie entre 10 et 30% provoque une migration des molécules d'eau vers la périphérie des cristaux. En effet, une des deux molécules d'eau constitutive du gypse a une énergie de liaison plus faible que l'autre (Mandal et Mandal, 2002), elle est alors considérée comme un anion. La conséquence de cette migration est la formation de dislocations dans les cristaux et la formation d'excroissances inférieures à 1 nanomètre. Avec une hygrométrie de 40%, des dissolutions sont observées avec l'apparition de pores d'une taille de 0,6 nanomètres. Proche de 100% d'hygrométrie, la dissolution entraîne une formation de microfissures sur la face (010) et sur les extrémités de la face. Ces différentes observations ont été faites sur la surface d'un cristal de gypse naturel grâce à un microscope à force atomique.

Dans notre cas, les pores observés au MEB existaient probablement avant les essais de fluage et l'action de la vapeur d'eau a pu amplifier leur taille. Par conséquent, il n'est pas surprenant d'observer des pores mesurant quelques micromètres. Une contrainte est appliquée en plus des conditions d'hygrométrie, le phénomène de dislocation ne peut être qu'amplifié provoquant le scindement d'un cristal suivant les clivages secondaires dans les plans (100) et (011).

Pourquoi une augmentation de la microfissuration a-t-elle été mesurée uniquement sur un échantillon ?

Sur un échantillon où l'hygrométrie a été brusquement changée, la porosité de fissure après l'essai de fluage déterminée par un essai de compression isotrope était deux fois plus grande que celle des échantillons témoins. Cette variation peut être expliquée soit par une différence de la porosité initiale de cet échantillon, soit par une action combinée de la contrainte appliquée pendant l'essai de fluage et du changement de l'hygrométrie. La dispersion des mesures de la porosité de fissure sur les échantillons d'un même âge étant nettement plus faible que cette variation, notre choix va vers la deuxième hypothèse (action combinée de la contrainte appliquée pendant l'essai de fluage et du changement de l'hygrométrie). Les conséquences de l'hygrométrie sur la vitesse de fluage sont semble-t-il d'autant plus importantes que la roche est endommagée. En effet, l'hygrométrie de 30%, avec le niveau de contrainte des essais de fluage, n'induit pratiquement pas d'endommagement. A 60% puis 90% d'hygrométrie, l'endommagement devient sensible. Le changement d'hygrométrie sur cet échantillon s'applique à la fois sur les défauts initiaux et sur ceux de l'endommagement, conduisant ainsi à une augmentation de la vitesse de fluage. Il est donc clair, en terme d'hygrométrie, que le seuil de l'endommagement se situe quelque part entre 30% et 60%. Cependant, nous ne savons pas actuellement si ce seuil dépend de l'état de contrainte.

Cette microfissuration est-elle d'origine inter et/ou intra granulaire ?

Pour le premier cas, les joints entre grains peuvent s'agrandir par une dissolution des surfaces cristallines. La frange de dissolution serait donc plus importante que celle obtenue pour

l'échantillon maintenu dans une hygrométrie de 60%. D'après les observations au MEB, tout l'échantillon a subi une attaque de la vapeur d'eau avec des figures de dissolution très marquées sur la périphérie et moins importantes vers le cœur. Ce type d'observation a déjà été décrit sur d'autres matériaux comme l'anhydrite (Dell'Angelo, 1995 ; Heilbronner, 1998) ou bien sur du quartz (Freeman, 1986) suite à des essais de fluage. Les forces de contact entre les surfaces cristallines parallèles à la direction [001] sont les plus faibles (Finot et al., 2001). Cette direction est celle qui a été observée au microscope électronique à balayage sur l'échantillon avec une hygrométrie maintenue à 30% : elle est proche de l'axe transversal de l'échantillon. C'est donc une direction privilégiée pour une augmentation de l'espace intergranulaire.

Le deuxième cas peut également être envisagé. En effet un débit lamellaire plus important que celui qui a été observé sur un échantillon maintenu à 60% d'hygrométrie est tout à fait envisageable. D'après Finot et al. (1997), une hygrométrie proche du pôle 100% engendre une microfissuration sur la surface cristalline (010) et sur ces extrémités (Sipple et al., 2001) dans la direction [100]. Cette microfissuration peut entraîner le scindement d'un cristal en plusieurs autres cristaux plus petits. L'augmentation des traces de dissolution n'est pas étonnant car d'après plusieurs auteurs (Christoffersen, 1976, Amathieu, 1988 ; Raines, 1997 ; Jeschke, 2001), la vitesse de dissolution dans une eau saturée à 50% de gypse est de  $10^{-5} \text{ mmol.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ .

Pour conclure, la dissolution des minéraux observée sur nos échantillons après les essais de fluage est-elle due uniquement à l'action de la vapeur d'eau ou uniquement à la contrainte appliquée pendant les essais ou alors à la combinaison des deux ?

## 6.2. Le paramètre - âge de l'exploitation

Quelle que soit l'hygrométrie considérée, la vitesse de fluage secondaire augmente avec l'ancienneté de l'exploitation. Cette augmentation est beaucoup plus marquée pour une hygrométrie de 90%.

La vitesse de déformation axiale pendant le fluage secondaire a augmenté de 30% entre un échantillon provenant d'un quartier récent et un échantillon d'âge d'exploitation ancien. La vitesse de déformation latérale pendant cette même phase a augmenté de 13%. Ces vitesses ont été calculées avec un essai de fluage où l'hygrométrie est égale à 90%.

Avec une hygrométrie constante de 60%, les vitesses de déformation axiale et latérale pendant la phase de fluage secondaire ont augmenté respectivement de 15% et de 20% entre un échantillon provenant d'un quartier récent et un échantillon d'âge d'exploitation ancien.

Enfin pour une hygrométrie constante de 30%, l'augmentation de la vitesse de déformation axiale de la phase de fluage secondaire est de 15 % entre un échantillon provenant d'un quartier récent et un échantillon d'âge d'exploitation ancien. Cependant, la vitesse de déformation latérale est restée constante.

Quelles explications faut-il donner à ces variations de vitesse de fluage en fonction de l'âge de l'exploitation ?

Au niveau des observations en microscopie électronique à balayage sur des échantillons témoins, peu de différences texturales et structurales peuvent expliquer totalement les variations de vitesse de fluage. En effet, seules quelques torsions de cristaux avec un débit lamellaire et une diminution de la taille des cristaux ont été observées sur les échantillons des quartiers anciens. Cependant, ces différences cristallines peuvent participer à ces variations de vitesse de fluage. Après les essais de fluage, les différences sont beaucoup plus marquées avec une forte diminution de la taille des cristaux. Pour les hygrométries de 60% et 90%, des figures de dissolution très importantes apparaissent en grand nombre. Dans ce cas, le rôle de l'hygrométrie devient un paramètre majeur.

Les propriétés physico-mécaniques définies lors de la caractérisation mécanique court terme du gypse provenant de quartiers d'âge d'exploitation différent (Auvray 2003) pourraient expliquer en partie les variations de vitesse de fluage. En effet, une diminution de la résistance existe entre des

échantillons provenant de quartier d'âge d'exploitation différent. Cette diminution est vraie quel que soit l'état de saturation de l'échantillon.

Il semble que les faibles différences des paramètres physico-mécaniques et les différences texturales et structurales entre les échantillons d'âge d'exploitation différent, avant les essais de fluage, aient une importance sur les variations de vitesse de fluage pendant les essais de fluage.

En conclusion, les paramètres âge d'exploitation et hygrométrie sont donc deux variables qui doivent être prises en compte dans le comportement mécanique différé sous chargement constant.

### 6.3. La loi de fluage

Dans un premier temps une approche phénoménologique a été suivie pour la modélisation du comportement différé de ce gypse. Une loi de fluage pour ce gypse, doit pouvoir décrire aussi bien le fluage primaire que secondaire. Ici la modélisation du seul fluage primaire sera traitée mais la problématique soulevée sera partiellement valable pour le fluage secondaire. En fait les données disponibles actuellement ne nous permettent pas d'aborder le problème du fluage secondaire.

Pour le fluage primaire une loi puissance ou une loi logarithmique peut être choisie. Nous suivons ici l'approche de Lemaitre (1985) basé sur le concept de durcissement du matériau par les déformations (strain-hardening).

Selon cette approche, la vitesse des déformations de fluage dépend uniquement de l'état actuel du solide. Ce dernier est fonction des variables externes (contrainte, et Hr dans notre cas) et des variables internes (déformations plastiques, endommagement, etc). La vitesse de la distorsion viscoplastique est déduite par dérivation du potentiel viscoplastique, dont l'existence est postulée (Lemaitre et Chaboche 1985) :

$$\Omega_d = \frac{K}{N+1} \left\langle \frac{q}{K} \right\rangle^{N+1} \gamma_d^{-\frac{N}{M}} \quad (1)$$

$$\dot{\gamma}_d = \frac{\partial \Omega_d}{\partial q} = \left\langle \frac{q}{K} \right\rangle^N \cdot \gamma_d^{-\frac{N}{M}} \quad (2)$$

avec

$$\gamma_d = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{e}}^p : \underline{\underline{e}}^p} \quad \underline{\underline{e}}^p = \underline{\underline{\varepsilon}}^p - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}^p) \underline{\underline{1}}, \quad q = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{S}}} \quad \underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{1}} \quad (3)$$

Le potentiel (1) ne dépendant que du déviateur des contraintes, les déformations volumiques prédites par cette loi sont donc nulles. De même, l'écriture du potentiel en terme de contrainte déviatorique ne permet pas de tenir compte de l'influence de l'hygrométrie (suction) via l'utilisation d'une contrainte effective (de type de Bishop par exemple).

En fait la dilatance observée pendant les essais de fluage est liée à un scindement des cristaux de gypse. Ce phénomène est accéléré par la présence de l'eau dont l'influence ne peut pas dans ce cas être résumée par un seul concept de contrainte effective. Le moteur de l'évolution de la fissuration pendant le fluage (et donc de la dilatance observée) est probablement un couplage chimico-mécanique. De ce point de vue la modélisation que nous proposons ici n'est que une première approche de modélisation en restant dans un cadre simple viscoplastique.

Les déformations volumiques viscoplastiques à tout moment peuvent être écrites comme :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_v^d = \delta \cdot \gamma_d \quad (4)$$

où l'angle de dilatance  $\delta$  est fonction des conditions d'essai et des déformations de fluage :

$$\delta = \delta(\gamma_d, p_c, \dots) \quad (5)$$

L'équation (4) montre que les déformations volumiques viscoplastiques ne peuvent se produire que sur un chemin de contrainte déviatorique. Il est supposé que le fluage dans un tel chemin se produit sans seuil. Cette hypothèse n'est pas vérifiable pour le moment, mais elle a été retenue en analogie avec ce qui est connu sur les mines de potasse. La forme de l'équation (5) est à présente inconnue et fait objet de nos actuels travaux.

L'intégration de l'équation (2) conduit à :

$$\gamma_d(t)^{\frac{N+M}{M}} = \frac{N+M}{M} \left\langle \frac{q}{K} \right\rangle^N . t \quad (6)$$

$$\gamma_d(t) = \left\langle \frac{q}{K} \right\rangle^{N, \alpha} \left( \frac{t}{\alpha} \right)^\alpha \quad \text{avec} \quad \alpha = \frac{M}{N+M} \quad (7)$$

En utilisant l'équation (7), la simulation reproduit dans l'ensemble les données des essais de fluage, pour différents âges et différentes hygrométries. Un exemple de simulation de la phase du fluage primaire d'un des essais de fluage à hygrométrie contrôlée se trouve sur la figure 7. L'ajustement des paramètres a été fait par une procédure de Levenberg-Marquardt sous Mathematica 4.2. Cependant la procédure n'a pas systématiquement convergé. A titre indicatif, les valeurs des paramètres N, M et K ainsi définis sont présentés dans le Tableau 6. En effet d'autres mesures à un autre niveau de contrainte seront nécessaires et les calculs seront à refaire lorsque les nouvelles données expérimentales seront disponibles.

Finalement, cette première approche de modélisation ne peut nous satisfaire car il n'est pas possible dans ce cas de modéliser les déformations volumiques mesurées pendant les essais.

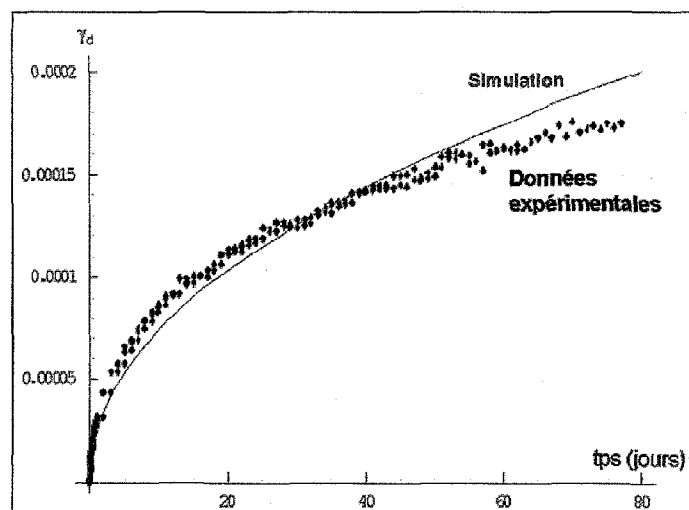


Figure 7. Exemple d'une simulation de la phase primaire

Tableau 6. Paramètres N, M et K de la loi de Lemaitre

Age, Hr	N	M	K
1920, 30%	0,56	0,50	6E+18
1970, 30%	0,60	0,50	4E+18
2000, 30%	0,62	0,50	4E+19
1920, 60%	0,67	0,49	3E+15
1970, 60%	0,36	0,52	2E+22
2000, 60%	0,60	0,49	4E+18
1920, 90%	0,68	0,72	3E+11
1970, 90%	0,62	0,58	6E+14
2000, 90%	0,54	0,43	7E+18

## 7. Conclusion et perspectives

Le gypse de Grozon vieillit, dans la mesure où les minéraux présentent des traces de dissolution de plus en plus marquées avec le temps. La dégradation des quartiers d'exploitation est due au vieillissement du massif rocheux qui est associé au comportement différé du matériau. Ce comportement différé est fortement influencé par la vapeur d'eau et par l'âge d'exploitation des quartiers. De plus l'action de l'eau est d'autant plus importante que l'âge d'exploitation du quartier est ancien. Une simulation des résultats des essais de fluage a été tentée en utilisant une loi de comportement du type Lemaitre. Cependant, seules les déformations déviatoriques ont pu être modélisées or, des déformations volumiques ont été mesurées pendant les essais de fluage. Pour le fluage secondaire, une simulation des essais avec une loi du type Norton nous posera les mêmes difficultés. De nouveaux essais de fluage avec des contraintes différentes et une autre approche de modélisation sont par conséquent indispensables.

## 8. Bibliographies

- Amathieu L., Boistelle R. (1988). *Crystallization kinetics of gypsum from dense suspension of hemihydrate in water*, Journal of Crystal Growth, Vol. 88, Issue 2, 183-192.
- Auger F. (1991). *Vieillissement par altération atmosphérique des matériaux de construction - Etude comparative in situ et en simulation*. Colloque Int. Détérioration des matériaux de construction, La Rochelle, 115-129.
- Auvray C. (2003). *Etude du comportement mécanique à court terme et à long terme du gypse*, Thèse INPL, octobre 2003.
- Christoffersen J., Christoffersen M. R. (1976). *The kinetics of dissolution of calcium sulphate dihydrate in water*, Journal of Crystal Growth, Vol. 35, Issue 1, 79-88.
- Dell'Angello L. N., Olgaard D. L. (1995). *Experimental deformation of fine-grained anhydrite : evidence for dislocation and diffusion creep*, J. of Geophysical Research, Vol. 100, 15425-15440.
- Finot E., Lesniewska E., Goudonnet J-P., Mutin J-C., Domenech M., Kadi A. A. (2001). *Correlating surface forces with surface reactivity of gypsum crystals by atomic force microscopy. Comparaison with rheological properties of plaster*, Solid State Ionics, Vol. 141-142, 39-46.
- Finot E., Lesniewska E., Mutin J-C., Goudonnet J-P. (1997). *Reactivity of gypsum faces according to the relative humidity by scanning force microscopy*. Surface Science, Vol. 384, 201-217.
- Freeman B., Ferguson C. C. (1986). *Deformation mechanism and micromechanism of rocks with distributed grain sizes*. J. of Geophysical Research, Vol. 91, 3849-3860.
- Heilbronner R., Bruhn D. (1998). *The influence of three-dimensional grain size distributions on the rheology of polyphase rocks*. J. of Structural Geology, Vol. 20, No. 6, 695-705.
- Jeschke A. A., Vosbeck K., Dreybrodt W (2001). *Surface controlled dissolution rates of gypsum in aqueous solutions exhibit nonlinear dissolution kinetics*, Geochimica et Cosmochimica Acta, Vol. 65, No. 1, 27-34.
- Lemaitre J., Chabroche J.-L. (1985). *Mécanique des matériaux solides*, Ed. Dunod, 532 p.

- Mandal P. K., Mandal T. K. (2002). *Anion water in gypsum ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) and hemihydrate ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ )*. Cement and Concrete Research, Vol. 32, 313-316.
- NF EN ISO 483. *Petites enceintes de conditionnement et d'essai utilisant des solutions aqueuses pour maintenir l'humidité relative à une valeur constante*. AFNOR 1999.
- NF X 15-119. *Mesure de l'humidité de l'air, Générateurs d'air humide à solutions salines pour l'étalonnage des hygromètres*. AFNOR 1999.
- Raines M. A., Dewers T. A. (1997). *Mixed transport/reaction control of gypsum dissolution kinetics in aqueous solution and initiation of gypsum karst*, Chemical Geology, Vol. 40, 29-48.
- Sipple E-M., Braconni P. , Dufour P., Mutin J-P. (2001). *Microstructural modifications resulting from the dehydration of gypsum*. Solid State Ionics, Vol. 141-142, 447-454.